

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2000-96044
(P2000-96044A)

(43) 公開日 平成12年4月4日 (2000.4.4)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード* (参考)
C 0 9 K 11/08		C 0 9 K 11/08	A G
C 2 3 C 16/30		C 2 3 C 16/30	
H 0 5 B 33/10		H 0 5 B 33/10	
33/14		33/14	Z
審査請求 有 請求項の数11 O L (全 3 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号	特願平11-155163	(71) 出願人	394001685 オスラム・シルバニア・インコーポレイテッド アメリカ合衆国マサチューセッツ州ダンバース、エンディコット・ストリート100
(22) 出願日	平成11年6月2日 (1999.6.2)	(72) 発明者	チャンウェン・ファン アメリカ合衆国ペンシルベニア州セア、シャロン・アベニュー214
(31) 優先権主張番号	6 0 / 0 8 7 6 9 7	(74) 代理人	100067817 弁理士 倉内 基弘 (外1名)
(32) 優先日	平成10年6月2日 (1998.6.2)		
(33) 優先権主張国	米国 (U S)		
(31) 優先権主張番号	0 9 / 1 7 7 2 2 6		
(32) 優先日	平成10年10月22日 (1998.10.22)		
(33) 優先権主張国	米国 (U S)		
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 長寿命のエレクトロルミネセンス蛍光体の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 湿分吸収から保護し且つ寿命及びランプ効率を大いに増大させる被覆を有するエレクトロルミネセンス蛍光体を提供すること。

【解決手段】 本発明は、反応器に不活性ガスを導入し、この反応器に蛍光体粒子を装填し、次いでこの反応器を反応温度に加熱し、被覆用前駆体を、前記蛍光体粒子を前記前駆体で飽和させるのに十分な時間導入し、その後反応器に前駆体を酸素／オゾン混合物と共に導入し続け、不活性ガス流、酸素／オゾン混合物流及びさらなる前駆体を、蛍光体粒子を被覆するのに十分な時間供給することを含む、蛍光体粒子の被覆方法に関する。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 反応器に不活性ガスを導入し；前記反応器に蛍光体粒子を装填し；前記反応器を反応温度に加熱し；前記反応器に被覆用前駆体を、前記蛍光体粒子を前記前駆体で飽和させるのに十分な時間導入し；前記反応器中への前駆体の供給を続け；前記反応器に酸素／オゾン混合物を導入し；不活性ガスの供給、酸素／オゾン混合物の供給及びさらなる前駆体の供給を、前記蛍光体粒子を被覆するのに十分な時間維持する：ことから成る、
10 蛍光体粒子を被覆する方法。

【請求項 2】 前記前駆体がトリメチルアルミニウムである、請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】 前記酸素／オゾン混合物がオゾン約 5～6 重量%を含む、請求項 1 記載の方法。

【請求項 4】 前記不活性ガスが窒素である、請求項 1 記載の方法。

【請求項 5】 前記反応温度が約 180℃であり且つ前記飽和時間が約 10 分である、請求項 1 記載の方法。

【請求項 6】 前記の蛍光体を被覆するのに十分な時間が約 40 時間～約 70 時間の範囲である、請求項 1 記載の方法。
20

【請求項 7】 前記蛍光体粒子を攪拌しながら前記反応器に装填する、請求項 1 記載の方法。

【請求項 8】 前記酸素／オゾン混合物を導入する間攪拌を維持する、請求項 7 記載の方法。

【請求項 9】 請求項 1 記載の方法に従って製造された被覆蛍光体。

【請求項 10】 請求項 1 記載の方法に従って製造された被覆エレクトロルミネセンス蛍光体。

【請求項 11】 請求項 1 記載の方法に従って製造された被覆粒子。
30

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、被覆粒子、より特定のには相似被覆を有する粒子に関する。より特定のには、本発明は、蛍光体、さらにより特定のには、湿分吸収から保護し且つ寿命及びランプ効率を大いに増大させる被覆を有するエレクトロルミネセンス蛍光体に関する。

【0002】

【従来の技術】被覆された蛍光体（以下、被覆蛍光体と言う）は、米国特許第 4585673 号、同第 4828124 号、同第 5080928 号、同第 5118529 号、同第 5156885 号、同第 5220243 号、同第 5244750 号及び同第 5418062 号明細書から周知である。上記特許明細書のいくつかから、被覆用前駆体及び酸素を用いて保護性被覆を施すことができるということが知られている。例えば、米国特許第 5244750 号及び同第 4585673 号の両明細書を参照されたい。これらの特許の内のその他のもののいくつか
50

における被覆方法では、加水分解によって保護性被覆を施すために化学蒸着法が用いられている。さらに、本出願人に譲渡された 1998 年 9 月 16 日付の米国特許出願（代理人管理番号 97-2-742）の明細書には、化学蒸着法及び酸素／オゾン反応体を用いることによる蛍光体粒子の被覆方法が開示されているので、必要ならばその教示を参照されたい。後者の方法は水又は水蒸気の不在下で操作される。かかる被覆蛍光体のランプ効率及び寿命をさらにより一層増大させることは、当技術分野におけるさらなる前進となるだろう。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明の目的は、従来技術の欠点を取り除くことである。本発明の別の目的は、被覆蛍光体の作用を高めることである。本発明のさらに別の目的は、水又は水蒸気を用いない蛍光体被覆方法を提供することにある。

【0004】

【課題を解決するための手段】これらの目的は、本発明によって達成される。本発明は、一つの局面において、反応器に不活性ガスを導入し；蛍光体粒子を反応器に装填して流動化させ；反応器を反応温度に加熱し；前記反応器に前駆体を導入し且つ前記温度を蛍光体粒子を前駆体で飽和させるのに十分な時間維持し；反応器にさらに前駆体を導入し；反応器に酸素／オゾン混合物を導入し；不活性ガスの供給、酸素／オゾン混合物の供給及びさらなる前駆体の供給を、蛍光体粒子を被覆するのに十分な時間維持する：ことによって蛍光体粒子を被覆する方法にある。

【0005】この方法は、5.3ルーメンパーワット（lm/W）を超えるランプ効率及び約 23 フートランパートを上回る 24 時間光出力で 1000 時間を超える寿命を有するランプをもたらす。

【0006】

【発明の実施の形態】本発明をその他の及びさらなる目的、利点及び可能性と共に最もよく理解するために、以下の開示及び特許請求の範囲を参照されたい。

【0007】

【実施例】被覆された EL 蛍光体のランプ性能に対する前処理の効果を研究するために、3つの被覆試験を行なった。すべての場合における蛍光体は、米国ペンシルバニア州トワングダ所在のオスラム・シルバニア・インコーポレーテッドから SYLVANIA Type 728 として入手できる既知のエレクトロルミネセンス材料である ZnS:Cu である。

【0008】流動床反応器（反応器）は、直径 2 インチ、高さ 36 インチの石英管だった。反応材料の実際高さは約 18 インチであり、反応器は 60 サイクル／分で作動される振動ミキサーを含むものだった。加熱は外焚炉によって行なった。反応器温度を ±3℃ 以内で調節するために、粉体床の中央部に位置決めされた熱電対を用

いた。酸素／オゾン混合物は、オゾン発生器に酸素を4.6リットル／分の流量で通して混合物中にオゾンガス5～7%を提供することによって調製した。このガス混合物を、振動ディスク上方の振動ミキサーの中空軸の円周上に配置された一連の微細孔を通して反応器中に提供した。すべての場合において前駆体はトリメチルアルミニウム（TMA）であり、不活性ガスは窒素だった。

【0009】第一の試験（EL236B）は対照例として行なったものであり、前記の係属中の特許出願に教示されたように、TMAと酸素／オゾン混合物とを被覆プロセスを開始する時に同時に反応器に導入した。

【0010】第二の試験（EL234B）では、被覆プロセスを開始する前に前処理として酸素／オゾン混合物を用いた。反応器が180℃の温度に達した後に、反応*

*器に6%オゾンを含む4.6リットル／分の流量で供給した。初めに30分間蛍光体粉末を酸素／オゾンで飽和させ、次いでTMAを導入して被覆実験を開始させた。

【0011】第三の試験（EL235B）では、前駆体による前処理工程を追加した。この工程は、蛍光体粒子を2.5リットル／分の流量のTMA／N₂中に浮遊させることを伴う。酸素及びオゾンを導入する前に蛍光体の表面をTMA前駆体で180℃の温度において10分間飽和させた。前処理工程の後は、3つの被覆実験すべてを同じ流れ条件下で180℃で48時間行なった。被覆蛍光体をMylar（商標）でランプ試験した。結果を表1に示す。

【0012】

【表1】

ロット番号	%Al	ランプ性能					
		光出力(FLL)				寿命 (時間)	ランプ効率 (lm/W)
		24時間	100時間	500時間	1000時間		
EL236B	3.6	24.0	22.6	17.4	14.0	1399	5.3
EL234B	3.6	24.9	23.5	18.0	14.5	1396	5.5
EL235B	4.1	23.8	23.1	18.5	15.3	1820	5.7

【0013】すべてのサンプルはランプにおいて非常に良好に機能した。即ち、これらは1000時間を超える寿命、5.3lm/Wを超えるランプ効率及び23フートランバートを上回る24時間光出力を有していた。表1の試験データから、酸素／オゾンによる前処理はサンプルランプの性能に対して殆ど影響を持たないことがわかるだろう。しかしながら、前駆体で前処理されたサンプル（EL235B）は良好なランプ性能をもたらし、※

※1000時間における光出力の損失が少なく、良好なランプ効率及び長い寿命を有していた。

【0014】以上、現時点での本発明の好ましい具体例を示して説明してきたが、当業者ならば特許請求の範囲に規定された本発明の範囲から逸脱することなく様々な変更及び変形を行なうことができるということがわかるだろう。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁷
// C09K 11/56

識別記号
CPC

FI
C09K 11/56

デマコード⁷ (参考)

CPC

(72)発明者 リチャード・ジー・ダブリュー・ジンジェリッチ
アメリカ合衆国ペンシルベニア州トワング、ヨーク・アベニュー201

(72)発明者 デイル・イー・ベンジャミン
アメリカ合衆国ペンシルベニア州アシンズ、ボックス230、アールディー・ナンバー2